

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-186929

⑪ Int. Cl.⁴B 01 F 7/16
B 01 J 19/20

識別記号

庁内整理番号

L-6639-4G
6639-4G

⑬ 公開 昭和62年(1987)8月15日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

⑭ 発明の名称 反応缶

⑮ 特 願 昭61-27775

⑯ 出 願 昭61(1986)2月13日

⑰ 発 明 者 新 村 哲 也 市原市五井南海岸6番地 電気化学工業株式会社千葉工場内
⑰ 発 明 者 渡 辺 均 市原市五井南海岸6番地 電気化学工業株式会社千葉工場内
⑰ 発 明 者 藤 原 治 郎 市原市五井南海岸6番地 電気化学工業株式会社千葉工場内
⑰ 発 明 者 家 崎 克 人 市原市五井南海岸6番地 電気化学工業株式会社千葉工場内
⑰ 出 願 人 電気化学工業株式会社 東京都千代田区有楽町1丁目4番1号
⑰ 代 理 人 弁理士 豊田 善雄
最終頁に続く

明 細 書

1. 発明の名称

反応缶

2. 特許請求の範囲

缶内に攪拌翼とバッフルが設置された反応缶であって、該攪拌翼はダブルヘリカルリボン翼の25%~75%が対称的に切断削除され缶側にわん曲した形状を有し、該攪拌翼と反応缶壁面とは一定の距離を有し、バッフルは該攪拌翼の切断削除された部位の空間部に配置されたことを特徴とする反応缶。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、反応缶に関し、更に詳しくは中粘度(10poise~200poise程度)の反応液を取り扱う反応機の改良に関する。

本発明の反応缶は、特に中粘度の反応液に低粘度(0.1cp~数cp)の反応試薬を添加し、反応試薬の均一分散を行わせしめ反応を進行させる必要

のある場合の反応装置として適する。

〔従来の技術〕

従来、中粘度(10poise~200poise程度)の反応液を取り扱う反応として重合反応あるいは共重合反応がある。このような反応においては、中粘度の反応液に低粘度(0.1cp~数cp)の反応試薬を添加し、反応試薬の均一分散を行わせしめて反応を進行させる必要がある場合が多い。

このような中粘度の反応液を取り扱う反応として、スチレンと無水マレイン酸の共重合反応を例にとり説明する。

スチレンと無水マレイン酸とのラジカル共重合反応は交互共重合体を生成しやすく、例えば無水マレイン酸含量40wt%の均一組成の共重合体を得るためには、反応性比 r_1 、 r_2 より必要なモノマー組成比を計算すると、無水マレイン酸1対スチレン9の重量比となり、無水マレイン酸の割合の非常に少ないモノマー組成を維持しながら重合反応を進める必要があることがわかる。すなわち、重合反応の進行に合わせて無水マレイン酸を

逐次添加しながら行う反応方式をとる必要がある。

又、スチレンと無水マレイン酸の共重合反応は一般的に、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、トルエン、ベンゼン等の有機溶剤中にて行う溶液重合法が採用されている。これは、無水マレイン酸が水と反応するため、水性溶媒中で行う懸濁重合、乳化重合が困難なこと、又塊状重合では反応液が著しく高粘性となり、取り扱いが困難となりさらに、伝熱係数の低下により反応熱等の発生熱の除去が困難となることなどが主な理由である。

スチレンと無水マレイン酸の有機溶剤中での共重合反応では反応液の粘度は反応の進行とともに約1cp~20000cp程度迄変化する。前述したように、均一組成で物性の優れた共重合体を得るためには、無水マレイン酸（一般的に無水マレイン酸を溶解した有機溶剤溶液：粘度数cp）を逐次反応液中に添加して反応を進める必要があるが、この時無水マレイン酸が反応速度に比べて十分短い時

間に反応液中に均一分散される必要がある。

従来は上記反応を行う場合に、たて型反応缶にパドル翼を設置した反応缶を用いたり、パドル翼のかわりにダブルヘリカルリボン翼を用いたりしていた。

〔発明が解決しようとする問題点〕

ところが、上記反応をたて型反応缶にパドル翼を設置した反応装置にて行った場合、無水マレイン酸が均一分散されず、組成分布の広い共重合体しか得られない。しかも交互共重合体が溶媒中から析出し、反応缶壁に多量付着してしまうという好ましくない結果となってしまう。

また、パドル翼のかわりにダブルヘリカルリボン翼を用いて該反応を行うと、反応液とダブルヘリカルリボン翼との共まわり現象を起こし、パドル翼を用いた場合と同様、無水マレイン酸が均一分散されず、組成分布の広い共重合体しか得られず、缶壁へのポリマー付着量も多量となってしまう。さらに、伝熱係数が極端に小さくなり除熱能力が悪化してしまう。

一般に低粘度液の攪拌にはパドル翼、タービン翼等が、高粘度液の攪拌にはアンカー翼、スクリー翼、ヘリカルリボン翼等が用いられているが、これら既製の攪拌翼で該反応を行った場合、上記したような不都合を生じ、好ましいスチレン、無水マレイン酸の共重合体を得ることは出来ない。

〔問題点を解決するための手段〕

本発明は上記の点に鑑みなされたもので、従来技術のもつ上記のような欠点をなくし、低粘度液の中粘度液中での均一分散を十分早く行わせしめる反応缶を提供するものである。

すなわち、本発明によれば、缶内に攪拌翼とバッフルが設置された反応缶であって、該攪拌翼はダブルヘリカルリボン翼の25%~75%が対称的に切断され缶内側にわん曲した形状を有し、該攪拌翼と反応缶壁面とは一定の距離を有し、バッフルは該攪拌翼の切断削除された部位の空間部に配置されたことを特徴とする反応缶が提供される。

〔実施例〕

以下、図面に示す実施例を挙げて本発明を更に詳しく説明する。第1図~第3図に、本発明の反応缶一例を示す。第1図は反応缶の縦断面図、第2図は横断面図、第3図は、攪拌翼とバッフルの相対位置を示した図である。

1は外周に加熱（除熱）装置2（一般に温水、スチーム、オイル等の熱媒体によるジャケット加熱あるいは除熱装置）を備えた反応缶本体、3は回転軸、4は攪拌翼、5は補助攪拌翼、6はバッフルである。又、反応缶1の $L/D = b/a$ は1.5~2の範囲である。第1図、第2図に示すように、回転軸3は反応缶本体1の長手方向に平行に設けられ、この回転軸3に軸芯と垂直方向に取り出された支持棒の先端に攪拌翼4が設置される。攪拌翼4は、ダブルヘリカルリボン翼の25%~75%が対称的に切断削除され缶内側にわん曲した形状を有する。そして、攪拌翼4と反応缶壁面とは一定の距離を保っている。この距離dは、反応缶の容積によらず20mm以下、好ましくは15mm以下が良

い。このようにすることにより反応缶壁面付近の反応液の滞留をより少なくすることができる。攪拌翼4は、反応液をひきつれて回転液流を作り出す能力と、反応液に剪断力を付与し前記回転液流をできる限り乱れた流れにする能力を併有させるという意味あいから、その幅Cを内径aの $1/20 \sim 1/10$ の範囲にするのが好ましい。

攪拌翼4の長さは、傾斜角 θ_1 とバッフルを支持している棒の厚みとによって決まるが、施工できる範囲でできるだけ長い方が良く、ダブルヘリカルリボン翼の25%~75%が対称的に切断削除された長さとする。

傾斜角 θ_1 は、ダブルヘリカル翼では普通約 15° で設定されているが、本発明の攪拌翼では上下攪拌を良好とするため、 $25^\circ \sim 35^\circ$ の範囲が好ましい。

補助攪拌翼5は、反応初期の反応液の量が少量で最下部の攪拌翼4が反応液面に接しない場合に必要である。補助攪拌翼5として、パドル翼、後退翼、アンカー翼等を設置することができ、上下

上段のバッフル2枚を 0° 、 180° の位置、中段の2枚を 40° 、 220° の位置、下段の2枚を 0° 、 180° の位置に設置した例を示してあるが、例えば、上段の2枚と下段の2枚を 0° 、 180° 、中段の2枚を 80° 、 270° の位置、あるいは全て 0° 、 180° の位置としても良いし、又各段に3枚ずつ設置し合計9枚あるいは、4段にしても良く、バッフルの数に特に制限はないが、反応缶の強度、ジャケット面積を考慮すると、4枚~12枚の範囲が好ましい。第3図では、バッフル6が、回転軸3に平行になるよう設置されているが、バッフルの傾斜角 θ_2 は $45^\circ \sim 90^\circ$ の範囲が良い。

本発明は、スチレンと無水マレイン酸の共重合反応缶に例をとり説明したが、本発明はこれに限定されるものではなく、中粘度液と低粘度の均一混合が問題となる場合であれば適用できる。又バッチ反応缶でなくとも連続反応缶のひとつとしても適用することができる。

【作 用】

本発明は上記のように構成されているため、例

攪拌を良好とするため、傾斜させるか、ひねりを入れるのが好ましい。

攪拌翼の枚数は、攪拌翼間の距離hを反応缶の直胴部の長さbに対し、 $1/4 \sim 1/5$ にとることにより決定するのが好ましい。また、反応液の液面と最上段の攪拌翼の先端との距離はh以下が好ましい。従って、反応缶は、攪拌翼の先端からh以上の位置まで反応液を横断するように上方に空間をとっておくのが好ましい。

バッフル6は、反応缶本体壁面に垂直に固定延出された支持棒の先端に設置され、形状としては板状が好ましい。バッフル6の幅fは反応缶の内径aの $1/20 \sim 1/13$ の範囲が好ましく、長さgは攪拌翼間の距離hによって制限されるが、反応缶の直胴部の長さbの約 $1/8$ 前後が好ましい。バッフル6の装入長さe（バッフルの中心から反応缶内壁までの距離）は、長さe（バッフルの中心から反応缶内壁迄の距離）は、攪拌翼4の幅cによって制限されるが、反応缶の内径aの約 $1/3$ 前後が良い。第2図では、バッフル6の合計6枚の内、

例えばスチレンと無水マレイン酸の有機溶剤中での共重合反応を行った場合、無水マレイン酸を反応速度に比べ十分短い時間で均一分散させることができる。すなわち本発明の特徴は、無水マレイン酸の逐次添加供給位置を第1図の黒点7の位置に設置すること（バッフルを中空にし、供給ノズルとする）により、供給された無水マレイン酸は直ちに攪拌翼によって強い切断を受け、上方に押し上げられ、上部のバッフルによって回転軸3の方向、すなわち反応缶中央部への流れと上昇流とに分割され、さらに反応缶中央部へ流入した無水マレイン酸は反応液と混合されながら回転軸部の下向流とともに下方に移動し、一方、缶壁面付近の上昇流が、さらに上部のバッフルにより分割されることにより、無水マレイン酸が短時間に効率良く均一分散される。

【発明の効果】

本発明は上記のように構成され、作用をするので、次の効果を奏することができる。すなわち、

① 低粘度液を短時間に効率良く、中粘度液に均一分散させることができる。

② 組成均一な共重合体を得ることができ、さらに組成不均一に伴う缶壁へのポリマー付着がない。

③ 反応液と攪拌翼の共まわりがなく、伝熱係数が大きく除熱能力が大きい。

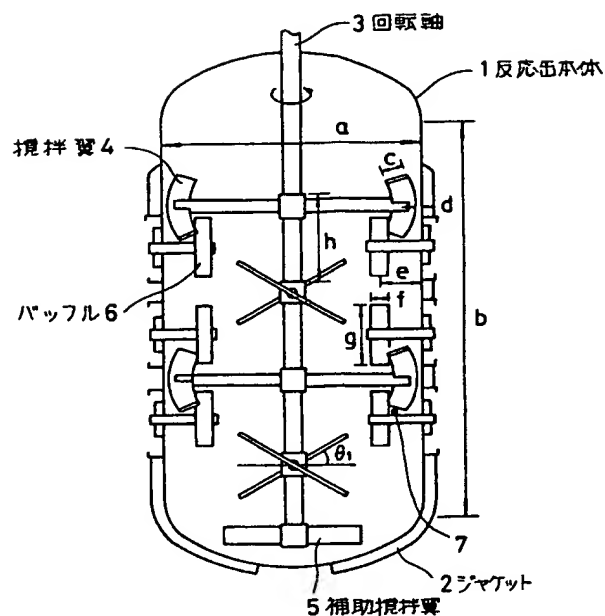
4. 図面の簡単な説明

第1図は、本発明の反応缶の一実施例を示す縦断面図、第2図は第1図に示した反応缶の横断面図である。第3図は本発明の反応缶における攪拌翼とバツフルの相対位置を示す部分平面図である。

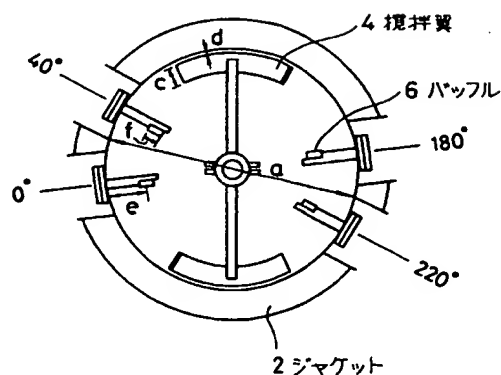
- 1…反応缶本体、2…ジャケット、
3…回転軸、4…攪拌翼、5…補助攪拌翼、
6…バツフル。

出願人 電気化学工業株式会社
代理人 豊 田 善 雄

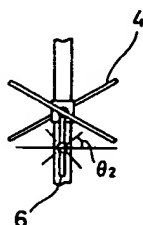
第1図



第2図



第3図



第 1 頁の続き

⑫発 明 者 持 田 宗 春 市原市五井南海岸 6 番地 電気化学工業株式会社千葉工場
内